DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM 17. NOVEMBER 1924

PATENTSCHRIFT

-- **M** 406225 ---

KLASSE 23 a GRUPPE 6

(F 52504 IV/23a)

Finow-Metall- und Chemische Fabriken G.m.b. H. in Berlin*).

Verfahren zur Darstellung eines Riechstoffs und Lösungsmittels.

Patentiert im Deutschen Reiche vom 2. September 1922 ab.

Die Ester der Salizylsäure haben nach verschiedenen Richtungen hin Bedeutung. In der Hauptsache kommen folgende drei große Verwendungsarten für dieselben in Betracht:

- 1. als Riech- und Geschmacksstoffe,
- 2. als Lösungsmittel,
- 3. als pharmazeutische Präparate.

Die nach vorliegendem Verfahren erhält-10 lichen Produkte kommen nur für Verwendungsart 1 und 2 in Frage.

Man stellte bislang unter anderem, besonders als Riechstoffe und als Lösungsmittel für Riechstoffe, folgende reine Ester der Salizylsäure dar:

Amylester, Butylester, Isobutylester, Propylester.

Hierzu benötigte man die vorher aus Fuselöl isolierten entsprechenden Alkohole, welche für sich natürlich alle ganz erheblich viel teurer sind wie das Fuselöl, d. h. das ursprüngliche Gemisch dieser Alkohole selbst.

In dem Verfahren der Erfindung tritt also in ausgesprochenem Maße die Gegenüberstellung des bislang gebrauchten Salizylsäurecsters des Amylalkoholanteiles der Fusel30 öle mit dem nun in Frage kommenden veresterten Gesamtfuselöl, also einschließlich

des Isobutyl- und Propylalkoholanteiles hervor.

Ferner bleibt zu beachten, daß rektifiziertes Fuselöl chemisch-technisch nicht identisch ist 35 mit dem Amylalkoholanteil desselben, sondern dasselbe stellt das nochmals überdestillierte Gesamtfulelöl vor, welches durch die nochmalige Destillation nur von höchstsiedenden kleinen Anteilen, welche minderwertig sind. 40 befreit wurde.

Der Amylalkoholanteil aber, aus welchen der handelsübliche »Salizylsäureamylester« hergestellt wird, ist eine während der Rektisikation peinlich herausgearbeitete »Fraktion« 45 aus dem Gesamtöl, und wird also die völlige Befreiung der Amylalkohole von den anderen Fuselölalkoholen vor der Veresterung bezweckt, im Gegensatz zu dem Verfahren der Erfindung.

Überraschenderweise zeigen aber die nach vorliegendem Verfahren erhaltenen Estergemische gleichartige Geruchs- und Löseeigenschaften wie die anfangs erwähnten reinen Ester und stellt das Verfahren einen erheblichen technischen Effekt vor, da es ermöglicht, direkt aus Fuselöl ohne vorherige kostspielige und mühsame Reinisoherung der einzelnen Fuselölalkohole, mindestens zu gleichartigen, wenn nicht wertvolleren Riechstoff- 60 und Lösungsmitteln zu kommen, wie sie bislang nur aus den verschiedenen isolierten

*) Von dem Patentsucher ist als der Ersinder angegeben worden:

Dr. Hans Müller in Berlin.

406225

Fuselölalkoholen, besonders dem Amylalkohol- 'anteil und Salizylsäure dargestellt wurden.

Es entstehen so Produkte, welche neben den allgemein in großen Mengen besonders 5 von der Seifenparfümerie benutzten Amylestern auch noch die kostbaren Butyl- und Propylester enthalten und noch mit der für den Parfümeur besonders erfreulichen Tatsache, daß diese so hergestellten Esterogemische einen wesentlich blumigeren und frischeren Trèflegeruch zeigen als z. B. der reine Salizylamylester.

Beispiele:

50 Teile Salizylsäure werden in 50 Teilen Fuselöl, welches man vorher zweckmäßig rektifiziert und getrocknet hat, gelöst oder suspendiert. Man rührt dann 5 Teile konz. Schwefelsäure ein und hält das Ganze so lange in gelindem Sieden, bis nach Abkühlung keine Salizylsäure mehr auskristallisiert, was in 8 bis 10 Stunden erreicht ist. Man befreit das Reaktionsgemisch von Schwefelsäure durch Waschen mit Wasser, entzieht dem

Rohestergemisch mit Sodalösung noch überschüssige gelöste Salizylsäure und fraktioniert das neutrale Rohestergemisch. An Vorlauf erhält vornehmlich unverestertes Fuselöl zurück. Die Haupt- und Mittelfraktion stellt das frisch und kräftig duftende Estergemisch vor. An Nachläufen erhält man nur kleine

In genau derselben Weise kann man auch Fuselöle verestern, welche bei Isolierung des einen oder anderen Bestandteils aus denselben 35 abfallen und selbst noch ein Gemisch von Fuselölalkoholen vorstellen.

PATENT-ANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung eines Riechstoffs und Lösungsmittels zur Verwendung auf dem Gebiete der Riechstoffverwertung, dadurch gekennzeichnet, daß man Salizylsäure direkt mit Fuselölen, d. h. 45 dem Gemisch aliphatischer Alkohole dieses Namens, welches bei der Gärungsalkoholgewinnung abfällt, zur Veresterung bringt.